УДК 661.73:547.584:543.06:006.354 Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

АНГИДРИД ФТАЛЕВЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения содержания фталевой кислоты

Phtalic anhydride.
Method of determination
of phtalic acid content

ГОСТ 24445.2—80 (СТ СЭВ 1676—79)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 ноября 1980 г. № 5593 срок действия установлен

с 01.12.1980 г.
до 01.01.1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на технический фталевый ангидрид (ангидрид бензол-1,2-дикарбоновой кислоты) и устанавливает методы определения содержания фталевой кислоты:

титрованием после отделения ее от фталевого ангидрида;

потенциометрическим титрованием.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1676—79.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб по ГОСТ 2517—80 с помощью поршневого щупа или щупа с продольным вырезом. Допускается отбор проб по ГОСТ 5445—79.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ ТИТРОВАНИЕМ ПОСЛЕ ОТДЕЛЕНИЯ ЕЕ ОТ ФТАЛЕВОГО АНГИДРИДА

Содержание фталевой кислоты определяют титрованием ее раствором гидроокиси натрия, предварительно отделив от фталевого ангидрида растворением его в бензоле или толуоле.

2.1. Реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют, если нет других указаний, дистиллированную воду и химические реактивы со степенью чистоты «химически чистый» (х. ч.).

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидроокись, 0,1 н. раствор, не содержащий карбонатов, готовят по ГОСТ 4517—75, титр раствора устанавливают по фталевокислому кислому калию.

Бензол по ГОСТ 5955—75 или толуол по ГОСТ 5789—78.

Калий фталевокислый кислый, ч. д. а., трижды перекристаллизованный из воды и высушенный до постоянной массы при 125°С.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор, готовят по ГОСТ 4919.1—77.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, готовят по ГОСТ 4517—75.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

2.2. Проведение анализа

Около 5 г фталевого ангидрида взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в стаканчике вместимостью 50 см³ и размешивают с 30—40 см³ бензола или толуола, предварительно подогретого до 60—70°С на водяной бане в колбе с обратным холодильником. Полученный раствор фильтруют через стеклянный фильтр ТФ 20 ПОР16—40 по ГОСТ 9775—69. Остаток на фильтре и фильтр тщательно промывают небольшими порциями горячего бензола или толуола до тех пор, пока капля фильтрата, нанесенная на часовое стекло не испарится без остатка. Промытый остаток растворяют в 50 см³ горячей (80—90)°С свежепрокипяченной воды, прибавляют три-четыре капли раствора фенолфталеина и горячий раствор титруют при перемешивании 0,1 н. раствором гидроокиси натрия до первого появления розовой окраски.

2.3. Обработка результатов

Массовую долю фталевой кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}008306 \cdot 100}{m},$$

где V — объем точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см³;

0,008306 — масса фталевой кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия, г;

m — масса навески фталевого ангидрида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФТАЛЕВОЙ КИСЛОТЫ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

Содержание фталевой кислоты определяют титрованием ее раствором фталевокислого калия в среде ацетона.

3.1. Реактивы, растворы и аппаратура

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Кислота фталевая по ГОСТ 4556—78, ч., перекристаллизованная из воды, после сушки на воздухе при 20—25°С, ее хранят над пятиокисью фосфора.

Фосфора пятиокись.

Калий фталевокислый (двузамещенная соль), ч., перекристаллизованный из воды и высушенный до постоянной массы при 105°С. 0,1 М водный раствор готовят следующим образом: 12,12 г соли, взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 см³ и доливают водой до метки.

pH-метр со стеклянным и каломельным электродами.

Мешалка магнитная.

Бюретка 6—2—5 по ГОСТ 20292—74.

3.2. Подготовка к анализу

Около 0,5 г перекристаллизованной и высушенной до постоянной массы фталевой кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в ацетоне и доливают ацетоном до метки. После тщательного перемешивания отмеряют пипеткой 10,0 см³ приготовленного раствора, вводят его в химический стакан вместимостью 100 см³, добавляют 40—50 см³ ацетона (до погружения электродов) и титруют потенциометрически при размешивании магнитной мешалкой 0,1 М раствором фталевокислого калия из микробюретки. Титрант прибавляют порциями по 0,2 см³, а вблизи скачка потенциала по 0,05 см³.

Расход титранта, соответствующий точке эквивалентности, вычисляют методом второй производной или определяют графически.

3.2.1. Поправочный коэффициент раствора (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{0,16614 \cdot V},$$

где m — масса навески фталевой кислоты, г;

0,16614 — масса фталевой кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,1 М раствора фталевокислого калия, г;

V — объем 0,1 М раствора фталевокислого калия, израсходованный на титрование, см³.

3.2.2. Для установки титра готовят не менее чем три отдельных раствора фталевой кислоты и для каждого выполняют два-три титрования.

Средний поправочный коэффициент вычисляют как среднее арифметическое величин поправочных коэффициентов, вычисленных по результатам отдельных титрований, расходящихся не более чем на 0,01.

3.3. Проведение анализа

В химическом стакане вместимостью 100 или 150 см³ взвешивают от 5 до 25 г фталевого ангидрида с погрешностью не более 0,0002 г в зависимости от массовой доли фталевой кислоты (массовая доля фталевой кислоты 0,1; 0,5; 1,0%; масса навески фталевого ангидрида, соответственно, 25; 10; 5 г), растворяют навеску в 50 см³ ацетона (при величине навески более 10 г объем ацетона увеличивают до 150 см³) и титруют потенциометрически 0,1 М раствором фталевокислого калия из микробюретки, как указано в п. 3.2.

3.4. Обработка результатов

Массовую долю фталевой кислоты (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{V\cdot K\cdot 0.016614\cdot 100}{m},$$

где V — объем 0,1 М раствора фталевокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент 0,1 М раствора фталевокислого калия;

0,016614 — масса фталевой кислоты, соответствующая 1 см³ точно 0,1 М раствора фталевокислого калия, г;

m — масса навески фталевого ангидрида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов не менее двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02 % при массовой доле фталевой кислоты от 0,1 до 1,0%.

Изменение № 1 ГОСТ 24445.2—80 Ангидрид фталевый технический. Методы определения содержания фталевой кислоты

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 30.03.92 № 345

Дата введения 01.01.93

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Ангидрид фталевый технический. Методы определения фталевой кислоты**

Phthalic anhydride for industrial use. Methods for the determination of phthalic acid».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 1678—79).**

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2409.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «содержания»;

последний абзац исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2517—80 на ГОСТ 2517—85.

Раздел 2. Наименование. Исключить слово: **«содержания»;**

дополнить пунктом — 2.1а (перед п. 2.1): «2.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими

(Продолжение см. с. 164)

характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 2.1. Наименование изложить в новой редакции:

«2.1. Реактивы, растворы, приборы и посуда»;

первый абзац исключить;

второй абзац изложить в новой редакции: «Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор молярной концентрации с (NaOH) — 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

четвертый абзац исключить;

пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции: «Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6—09—5360—87, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1 - 77 (п. 3.1, табл. 1, п. 39а).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72»;

седьмой абзац Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87;

дополнить абзацами: «Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ±0,7500 мг.

Термометр типа ТЛ-2 с ценой деления 1,0 °С и диапазоном измерения от 0 до 100 °С.

Стекло часовое.

Холодильник ХШ-1—200—19/26 ХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель ТФ-20-ПОР 40 по ГОСТ 25336—82 или

(Продолжение см. с. 165)

Воронка В-56(75)—80(110) ХС по ГОСТ 25336—82.
Бюретка 1 (2)·2·25—0,1 по ГОСТ 20292—74.
Цилиндр 1 (2, 3, 4)—50—2 по ГОСТ 1770—74.
Стакан В (Н)-1(2)—50 ТХС по ГОСТ 25336—82.
Стаканчик типа СВ или типа СН по ГОСТ 25336—82
Колба Кн-2—250—34 (40, 50) ТХС по ГОСТ 25336—82.
Баня водяная.
Фильтр обеззоленный «белая лента».

Пункт 2.2 изложить в новой редакции: «2.2. Около 5,0000 г фталевого ангидрида взвешивают в стаканчике для взвешивания, переносят на стеклянный фильтр или стеклянную воронку с сухим обеззоленным фильтром «белая лента». Навеску фталевого ангидрида растворяют непосредственно на фильтре, тщательно промывая небольшими порциями бензола или толуола, предварительно нагретого до 60—70 °С на водяной бане с обратным холодильником до тех пор, пока капля фильтрата, нанесенная на часовое стекло, не испарится без остатка.

Затем полученный на стеклянном фильтре остаток промывают 50 см³ горячей свежекипяченной дистиллированной воды температурой (85±5) °С, собирая фильтрат в коническую колбу. В фильтрат прибавляют 3—4 капли раствора фенолфталеина и горячий раствор титруют при перемешивании раствором гидроокиси натрия до первого появления розовой окраски.

Остаток, полученный на стеклянной воронке с обеззоленным фильтром «белая лента», переносят вместе с фильтром в коническую колбу, прибавляют 50 см³ горячей дистиллированной воды и растворяют. Далее титруют также, как в случае со стеклянным фильтром».

Пункт 2.3. Формула. Экспликация. Заменить слова: «точно 0,1 н. раствора гидроокиси натрия» на «раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно 0,1 моль/дм³» (2 раза);

последний абзац после слова «определений» изложить в новой редакции: «абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,01 % при доверительной вероятности $P=0,95$».

Раздел 3 изложить в новой редакции:

«3. Определение фталевой кислоты потенциометрическим титрованием (ИСО 1389/V—77 «Ангидрид фталевый технический. Методы испытаний. Часть V. Потенциометрический метод определения свободной кислотности»)

Метод следует применять вместе с ГОСТ 24445.0—92.

1. Сущность метода

Потенциометрическое титрование свободной кислотности в анализируемой пробе титрованным раствором триэтиламина в безводном бутаноне.

2. Реактивы

Для проведения анализа применяют только реактивы квалификации «чистый для анализа» и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

2.1. Ацетон.

2.2. Фталевая кислота $[1,2-(COOH)_2C_6H_4]$.

2.3. Триэтиламин $[(C_2H_5)_3N]$, не содержащий первичные и вторичные амины, раствор в метилэтилкетоне ($CH_3CH_2COCH_3$) (бутаноп) молярной концентрации $c[(C_2H_5)_3N]=0.1$ моль/дм³ (0,1 н.). Предварительно титр раствора устанавливают по фталевой кислоте (п. 2.2), применяя методику, описанную в разд. 4.

Примечание. Бутанон удовлетворительного качества может быть получен обработкой безводным хлоридом кальция, декантацией и перегонкой.

3. Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура и

3.1. Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³ или с меньшей.

(Продолжение см. с. 166)

3.2. pH-метр, снабженный стеклянным измерительным электродом и каломельным электродом сравнения.

Насыщенный водный раствор хлорида калия в каломельном электроде заменяют насыщенным раствором хлорида калия в метаноле. Желательно, чтобы каломельный электрод был втулочного типа со стеклянным шлифом.

3.3. Электромагнитная мешалка.

4. Проведение анализа

4.1. Взвешивают с точностью до 0,01 г массу анализируемой пробы не более 10 г, содержащую не более 0,150 г фталевой кислоты. Переносят навеску в сухой химический стакан вместимостью 150 см³ и растворяют в 75 см³ ацетона (п. 2.1).

4.2. Помещают стеклянный и каломельный электроды (п. 3.2) в раствор, перемешивают электромагнитной мешалкой (п. 3.3), прикрывают химический стакан, чтобы уменьшить испарение, и титруют потенциометрически раствором триэтиламина (п. 2.3) из бюретки (п. 3.1). Вблизи точки эквивалентности раствор триэтиламина прибавляют порциями по 0,02 см³, отмечая каждый раз соответствующий потенциал.

4.3. Если навеска содержит менее 0,008 г фталевой кислоты, то приращения потенциала Δ_1, Δ_0 и Δ_2 будут соответствовать наибольшим изменениям потенциала в начале титрования. Поэтому если израсходованный объем раствора триэтиламина меньше 0,5 см³, то прибавляют по крайней мере 0,010 г фталевой кислоты (п. 2.2) и определение повторяют.

5. Обработка результатов

5.1. Подсчитывают приращения потенциала, соответствующие прибавлению 0,02 см³ раствора триэтиламина (п. 2.3). Оставляют три наибольших приращения Δ_1, Δ_0 и Δ_2, где Δ_0 — наибольшее приращение, Δ_1 — перед Δ_0 и Δ_2 — следующее за Δ_0.

Вычисляют объем V_1 в кубических сантиметрах раствора триэтиламина по формуле

$$V_1 = V_0 + \frac{0{,}02 \cdot (\Delta_0 - \Delta_1)}{2\Delta_0 - (\Delta_1 + \Delta_2)},$$

где V_0 — объем раствора триэтиламина (п. 2.3), добавленный для получения потенциала между Δ_0 и Δ_1, см³.

Примечание. Этот расчет объема раствора триэтиламина является неточным. Однако разница между теоретическими значениями и значениями, полученными описанным способом, незначительна, так как совсем незначительный объем титранта нужно добавить для достижения точки эквивалентности. Этот метод предпочтителен из-за своей простоты

5.2. Массовую долю свободной кислотности A в пересчете на фталевую кислоту [1,2—$(COOH)_2C_6H_4$] в процентах вычисляют по следующей формуле

$$A = \frac{(16{,}6 \cdot V_1) - m_1}{m_0 \cdot 10},$$

где m_0 — масса навески (п. 5.1), г;

m_1 — масса добавленной фталевой кислоты (пп. 2.2, 4.3), мг;

V_1 — объем определяют по п. 5.1».

(ИУС № 7 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru